

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problems Mailbox.**

## (54) SEALING AGENT OF POLYESTER RESIN

(11) 5-112634 (A) (43) 7.5.1993 (19) JP  
 (21) Appl. No. 3-302467 (22) 21.1.1991  
 (71) TOYOB0 CO LTD (72) SHIGEHARU SUGIHARA(4)  
 (51) Int. Cl<sup>s</sup>. C08G63/183, C08G63/199, C08J5/00//C08L67/00

**PURPOSE:** To obtain the subject sealing material useful for paper containers or plastic containers for foods, having excellent heat sealability, flavor properties and film moldability, having specific properties.

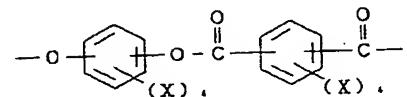
**CONSTITUTION:** The objective sealing material consisting of (A) an acid component comprising (i) 95-100mol% aromatic dicarboxylic acid preferably composed of 65-85mol% terephthalic acid and 15-35mol% isophthalic acid and (ii) <5mol% aliphatic and/or alicyclic dicarboxylic acid such as succinic acid, (B) a glycol component comprising preferably 92-100mol% ethylene glycol and (C) preferably 0.2-1.0mol% tri- or polyfunctional polycarboxylic acid or polyol, having branched chains, its reduced viscosity ( $\eta_{sp}/c$ )  $\geq 0.80$  and Z-average molecular weight (Mz) calculated as polystyrene satisfying  $600 \times 10^3 \geq Mz \geq 280 \times 10^3$ .

## (54) TOTALLY FLUORINATED WHOLLY AROMATIC POLYESTER AND OPTICAL PART USING THE SAME POLYESTER

(11) 5-112635 (A) (43) 7.5.1993 (19) JP  
 (21) Appl. No. 3-302753 (22) 23.10.1991  
 (71) HITACHI LTD (72) YOSHITAKA TAKEZAWA(4)  
 (51) Int. Cl<sup>s</sup>. C08G63/682, C08G63/18, G02B6/00

**PURPOSE:** To obtain the subject polyester useful for light transmitting material using far infrared rays, optical fiber especially consisting of a core and a clad, wave guide type light circuit, etc., comprising a specific repeating structure.

**CONSTITUTION:** The objective polyester comprising a repeating structure of the formula (COO and phenylene are at meta-position or para-position; X is F or CF<sub>3</sub>), having 100-2,500 degree of polymerization. The polyester is useful as a material for optical parts with far infrared light rays having  $\geq 850\text{nm}$  central light source wavelength. The polyester, for example, is obtained by adding tetrafluorohydroquinone and tetrafluoroisophthaloyl chloride to a mixture of equal amounts of meta- and terphenyls and heating.

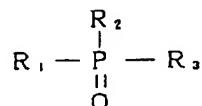


## (54) METHOD FOR PRODUCING POLYCARBONATE

(11) 5-112636 (A) (43) 7.5.1993 (19) JP  
 (21) Appl. No. 3-336402 (22) 22.10.1991  
 (71) UBE IND LTD (72) AKINORI SHIOTANI(2)  
 (51) Int. Cl<sup>s</sup>. C08G64/30

**PURPOSE:** To obtain a high-molecular weight polycarbonate having narrow molecular weight distribution and excellent thermal stability by subjecting a bishydroxy compound and a bisaryl carbonate to melt polycondensation in the presence of a catalyst of phosphorus compound.

**CONSTITUTION:** A bishydroxy compound (e.g. bis-(4-hydroxyphenyl)methane, etc.) is blended with a bisaryl carbonate (e.g. diphenyl carbonate) in a ratio of 1:1-1.1 (molecular ratio) and subjected to melt polycondensation in the presence of preferably 100-5,000ppm (based on bishydroxy compound) of a catalyst of phosphorus compound (e.g. triphenyl phosphate) of the formula (R<sub>1</sub> to R<sub>3</sub> are 1-25C alkyl, 6-25C aryl, 1-25C alkyloxy or 6-25C aryloxy) to give the objective polycarbonate.



(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-112635

(43)公開日 平成5年(1993)5月7日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 08 G 63/682 63/18 G 02 B 6/00	NNL NNP 3 9 1	7211-4 J 7211-4 J 7036-2K		

審査請求 未請求 請求項の数 6(全 5 頁)

(21)出願番号 特願平3-302753

(22)出願日 平成3年(1991)10月23日

(71)出願人 000005108  
株式会社日立製作所  
東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地  
(72)発明者 竹沢 由高  
茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日立製作所日立研究所内  
(72)発明者 大原 周一  
茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日立製作所日立研究所内  
(72)発明者 丹野 清吉  
茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日立製作所日立研究所内  
(74)代理人 弁理士 中本 宏

最終頁に続く

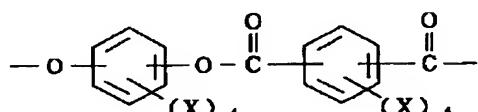
(54)【発明の名称】 全フッ素化全芳香族ポリエステル及びそれを用いた光学部品

(57)【要約】

【目的】 無機系光伝送システムと同波長の850 nm以上で使用可能な有機高分子化合物をうる。

【構成】 下記化1の繰り返し構造を有する重合度100~2500の全フッ素化全芳香族ポリエステル。

【化1】



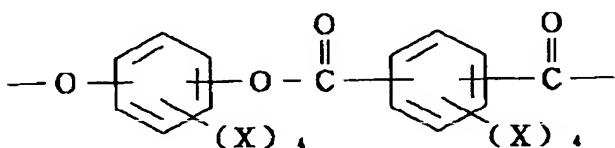
(式中、-COO-基とフェニル基の結合はメタ位かパラ位であり、XはF又はCF<sub>3</sub>で、同一又は異っていてもよい。)

【効果】 伝送波長850 nm以上での近赤外領域において、取扱性及び信頼性に優れたポリマー製光学部品を得ることができ、無機系光伝送システムに適用することが可能となる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記化1の繰り返し構造を有する全フッ素化全芳香族ポリエステル。

## 【化1】



(式中、-COO-基とフェニレン基の結合はメタ位かパラ位であり、XはF又はCF<sub>3</sub>で、同一又は異っていてよい。)

【請求項2】 前記ポリエステルの重合度が100～2500である請求項1記載の全フッ素化全芳香族ポリエステル。

【請求項3】 請求項1又は2記載の全フッ素化全芳香族ポリエステルを、中心光源波長850nm以上の近赤外光による光学部品用の材料として用いることを特徴とするポリマー製光学部品。

【請求項4】 前記光学部品用の材料が、少なくともコアとクラッドからなる光ファイバであることを特徴とする請求項3記載のポリマー製光学部品。

【請求項5】 前記光学部品用の材料が、導波型光回路であることを特徴とする請求項3記載のポリマー製光学部品。

【請求項6】 受光器内蔵車載コンピュータと光源内蔵操作スイッチとを有し、これらを光ファイバで接続した自動車内光LANにおいて、該光ファイバが請求項3記載のポリマー製光学部品であることを特徴とする自動車内光LAN。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は新規な高分子化合物に係り、特に、近赤外光を用いる光伝送用の材料として有用な全フッ素化全芳香族ポリエステルとその用途に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 現在、光伝送システムとしては850nm以上の近赤外光を用いた無機系光学部品が実用化されている。これに対して取扱いの容易なポリマーを光伝送部に使用した光学部品は、850nm以上の近赤外領域でのポリマー固有の吸収損失が大きいため、吸収損失の小さな660nm帯を中心とする可視光でのシステムを独立して構築していた。そこで850nm以上の近赤外光でも使用可能なポリマー製光学部品が切望されている。この目的で、ポリマー エンジニアリング アンド

サイエンス、29, 1209 (1989) に記載のように、フッ素化あるいは重水素化したポリメチルメタクリレートあるいはポリスチレンをコアに用いた光ファイバ等が提案されている。

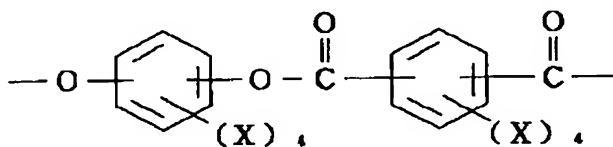
## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 上記従来技術では、850nm以上の近赤外光での透明性は向上したが、ポリマーの耐熱性が不足しており、また水分の影響も大きく受けるなど信頼性に欠けるため、長期信頼性を要求される光通信系に適用できない等の問題を有していた。そこで、本発明では、前記従来技術の問題点を解決し、既存の無機系光伝送システムで用いられている850nm以上の近赤外光を伝送可能な耐熱性を有する有機高分子化合物を開発し、それを用いた光学部品を提供することを目的とする。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するために、本発明では、全フッ素化全芳香族ポリエステルを得たものであり、該ポリエステルは下記化1の繰り返し構造を有する高分子化合物である。

## 【化1】



(式中、-COO-基とフェニル基の結合はメタ位かパラ位であり、XはF又はCF<sub>3</sub>で、同一又は異っていてよい。)

上記高分子化合物の重合度は特に制限されないが、成形性に影響する。特に好適には重合度100～2500である。重合度が100より小さい場合、成形品の寸法安定性が低下し、また重合度が2500より大きい場合、成形時の流動性が低下する等のデメリットが生ずる。

【0005】 上記本発明の全フッ素化全芳香族ポリエステルは、伝送波長850nm以上で低損失かつ耐熱性に優れている。特に、従来は有機系ポリマーでは使用できなかった1.3ミクロン以上の長波長領域で、本発明のポリマーを用いれば光を数十メートル伝送することが可能となった。このポリマーは製膜あるいは成形材料としても有効であり、光ファイバから薄膜光導波路まで適用できる。光伝送部にクラッドを必要とする場合でも、クラッド用ポリマーの材料としては特に制限されず、光伝送部（コア）よりも屈折率の低い従来公知の材料を使用することができる。本発明のポリマーにより製造した光学部品は、例えば受光器内蔵車載コンピュータと光源内蔵操作スイッチとを有し、これらを光ファイバで接続した自動車内光LANにおいて、該光ファイバとして用いることができる。

## 【0006】

【作用】 近赤外領域におけるポリマーの吸収損失は、水素原子を含む化学結合の分子振動吸収の高調波に起因する。そこでこの水素原子をフッ素で置換すると、この高調波吸収強度は大幅に低減する。しかしながら主鎖中に

メチレン結合が存在するとフッ素化してもポリマーの耐熱性はメチレン結合の無いものに比べ低いため、全芳香族系ポリマーであることが望ましい。そこで主鎖に含まれる化学結合としては、全フッ素化フェニレンの他は最低限のエーテル結合及びエステル結合に限定される。さらに全フッ素化フェニレンの全てがパラ位で結合していると、ミクロな領域でのポリマーの結晶化あるいは光学異方性の増大による光散乱損失の増加が顕著となるため、メタ置換の全フッ素化フェニレンを含む必要がある。

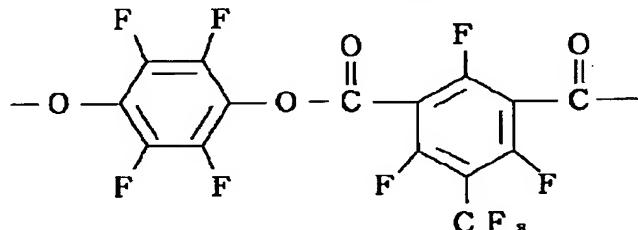
#### 【0007】

【実施例】以下、実施例を用いて本発明を詳細に説明する。

##### 実施例1

テトラフルオロオロハイドロキノン5.5g、テトラフルオロイソフタロイルクロライド8.3gをメタ及びターフェニル等重量混合体70g中に加え、攪拌しながら180℃で加熱した。反応中は塩酸ガスが発生する。約20分間反応後塩酸ガスの発生はかなり減少した。340℃でさらに50分間加熱還流すると、粘稠な淡黄色溶液が得られた。混合物を室温にまで冷却後、反応混合物より繰返し単位の化学構造が化2の構造を有するポリマーを分離し、熱アセトンで精製、ろ過し、減圧乾燥した（収量9g）。

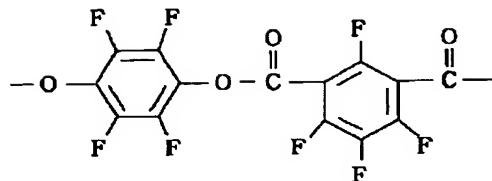
##### 【化2】



このポリマーをコア用ポリマーとして用い、クラッド用ポリマーとして4フッ化エチレン-6フッ化プロピレン共重合体(FEP)を用いて、図1に示すような直径0.5mmのコア1及び外形1.0mmのクラッド2からなる構造の光ファイバを得た。この光ファイバの波長850、1300、1550nmにおける伝送損失値はそれぞれ0.69、0.60、0.70dB/mであり、短距離光通信には十分な光伝送性能を有していた。さらに、180℃で2日間加熱後も伝送損失はほとんど変化しておらず、耐熱特性が優れていた。

##### 【0010】実施例3

コア用ポリマーとして化2に示す繰返し単位のポリマーを用いて、クラッド用ポリマーとして2,2,2-トリフルオロエチルメタクリレートポリマーを用いて図3に示すような直径0.5mmのコア1及び全長30mmのクラッド2からなる構造の光分岐器（6分岐路：最大分岐角10度）を得た。まずコアを射出温度380℃で射出成形法により作製し、クラッドの原料となるモノマー



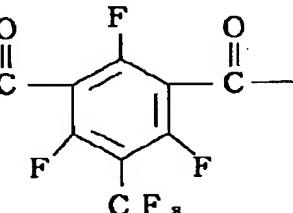
\* このポリマーの分子量は数平均分子量で126,000、重量平均分子量で486,000であった。

【0008】次に、このポリマーをコア用ポリマーとして用い、クラッド用ポリマーとして4フッ化エチレン-6フッ化プロピレン共重合体(FEP)を用いて、図1に示すような直径0.5mmのコア1及び外形1.0mmのクラッド2からなる構造の光ファイバを二重ノズル構造を有する溶融押出紡糸装置により380℃で作製した。この光ファイバの伝送損失スペクトルを図2に示す。図2に示すように波長850、1300、1550nmにおける伝送損失値はそれぞれ0.85、0.70、0.81dB/mであり、波長850nm以上では短距離光通信には十分な光伝送性能を有していた。さらに、180℃で2日間加熱後も伝送損失はほとんど変化しておらず、耐熱特性が優れていた。

##### 【0009】実施例2

実施例1と同様にして繰返し単位の化学構造が化3の構造を有するポリマーを得た。

##### 【化3】



をベンゾイルパーオキシド0.5重量パーセントを重合開始剤として約80℃で注型法にて重合した。この6分岐路の波長850nmにおける過剰損失は2dBと小さく、また分岐光強度も全ての出射光でほぼ等しかった。

##### 【0011】実施例4

石英ガラス基板上に膜厚10ミクロンの実施例1で得たポリマー膜をプレス成形にて420℃で作製した。この膜をエッティングして、図4に示したような導波回路層3（導波路幅7ミクロン）を形成した。波長1.3ミクロンのシングルモード石英光ファイバ出射光を入射したところ、良好に伝送した。

##### 【0012】実施例5

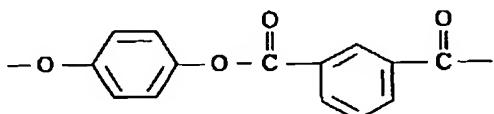
実施例1で得た光ファイバ4を用い、図4に示す自動車内光LANを行った。受光器内蔵車載コンピュータ5は運転席下部に設置されており、850nmの光源内蔵操作スイッチ6はそれぞれ4個所のドアに取付けられている。車載コンピュータ5と操作スイッチ6とは光ファイバ4により接続されている。操作スイッチ6により車載

コンピュータ5を介してオーディオ、空調機構等の制御を行った結果、良好に動作することを確認した。

【0013】比較例1

ハイドロキノン5 g、イソフタロイルクロライド9 gをメタ及びターフェニル等重量混合体80 g中に加え、攪拌しながら160°Cで加熱した。約12分間反応後塩酸ガスの発生はかなり減少した。310°Cでさらに30分間加熱還流すると、粘稠な濃黄色溶液が得られた。混合物を室温にまで冷却後、反応混合物より繰返し単位の化学構造が化4の構造を有するポリマーを分離し、熱アセトンで精製、ろ過し、減圧乾燥した。

【化4】



【0014】このポリマーをコア用ポリマーとして用い、クラッド用ポリマーとして4フッ化エチレン-6フッ化プロピレン共重合体(FEP)を用いて図1に示すような直径0.5 mmのコア1及び外形1.0 mmのクラッド2からなる構造の光ファイバを二重ノズル構造を有する溶融押出紡糸装置により作製した。しかしながら

\*ら、この光ファイバは波長850 nm以上での近赤外光を全く伝送しなかった。

【0015】

【発明の効果】本発明によれば、伝送波長850 nm以上での近赤外領域において、取扱性及び信頼性に優れたポリマー製光学部品を得ることができ、無機系光伝送システムに適用することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のポリマー製光学部品である光ファイバの構造図を示す。

【図2】実施例1で得た光ファイバの伝送損失スペクトル図を示す。

【図3】本発明のポリマー製光学部品である光分岐器(6分岐路)の模式図を示す。

【図4】本発明のポリマー製光学部品である導波型光回路の模式図を示す。

【図5】本発明のポリマー製光学部品を用いた自動車内光LANの構成図を示す。

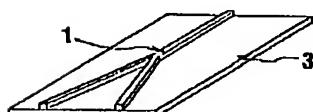
【符号の説明】

1：コア、2：クラッド、3：基板、4：光ファイバ、5：車載コンピュータ、6：操作スイッチ

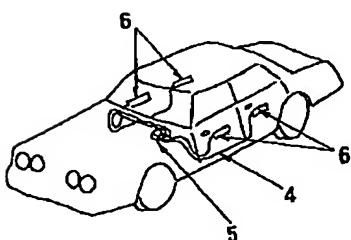
【図1】



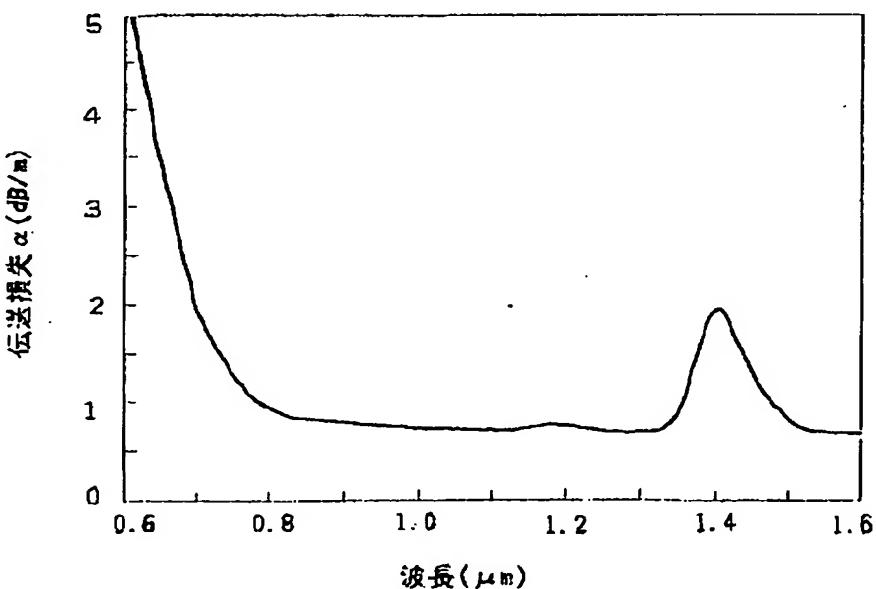
【図4】



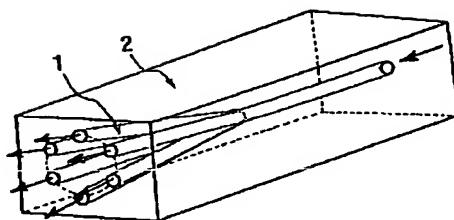
【図5】



【図2】



【図3】



---

フロントページの続き

(72)発明者 竹谷 則明  
茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日  
立製作所日立研究所内

(72)発明者 赤坂 伸一  
茨城県日立市久慈町4026番地 株式会社日  
立製作所日立研究所内